

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-146515

(43)Date of publication of application : 22.05.2002

---

(51)Int.Cl. C23C 14/06  
B23B 27/14  
B23B 51/00  
B23C 5/16  
B23P 15/28

---

(21)Application number : 2000-346408 (71)Applicant : TOSHIBA TUNGALOY CO LTD

(22)Date of filing : 14.11.2000 (72)Inventor : KOBAYASHI MASAKI  
WATANABE TOSHIYUKI

---

### (54) HARD FILM SUPERIOR IN SLIDABLENESS AND ITS COATING TOOL

#### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a hard film having fine holes on the surface such that the fine holes demonstrate a liquid holding effect, when a processing liquid or a lubricant is used for tools or parts whose surface is coated with the hard film having adequately arranged fine holes, and that, therefore, the film can extend a service life for tools including a tip, drill, metallic die, etc., and for sliding parts like bearings even under severe using conditions, and also to provide a coating device for this film.

SOLUTION: The hard film, which is applied on the surface of a base material, is studded with such fine holes on the surface that have a depth of 1.0  $\mu\text{m}$  or above, an average diameter of 0.5-5  $\mu\text{m}$ , and a ratio between the total hole opening areas and the entire hard film surface area of 0.02-0.20. Consequently, compared with a conventional identical hard film, a lubricating ability is secured by the supply of the processing liquid or the lubricant through the liquid holding effect, thereby enabling the life of the tools or the sliding parts to be prolonged.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] Hard film which is excellent in the sliding nature characterized by having the micropore whose diameter of opening is the monolayer or two or more multilayers whose thickness of this hard film is 1-20 micrometers, and is 0.5-5 micrometers in the hard film which consists of one or more sorts chosen from 4a and 5a of a periodic table, 6a group element, aluminum, the carbide of silicon, a nitride, an oxide, borides, and these mutual solid solutions [claim 2] Hard film this micropore excels [ film ] in the sliding nature according to claim 1 which the depth is 1.0 micrometers or more, and is characterized by the micropore depth being satisfied with a ratio with the average thickness of this hard film of 0.05-1.00 [claim 3] Hard film the gross area of micropore opening excels [ film ] in a ratio with the gross area of the hard film at the sliding nature according to claim 1 or 2 characterized by being 0.02-0.20 [claim 4] Hard film which is excellent in the sliding nature according to claim 1, 2, or 3 characterized by the hard film consisting of at least one sort of the carbide of titanium, a nitride, carbon nitride and the compound nitride of titanium and aluminum, and compound carbon nitride [claim 5] Hard film the field granularity of the hard film front face except the micropore section excels [ film ] in Ra at the sliding nature according to claim 1, 2, 3, or 4 characterized by being 0.2 micrometers or less [claim 6] The coat tool characterized by covering claims 1, 2, 3, and 4 and the hard film given in five to a base material [claim 7] The coat tool according to claim 6 by which the above-mentioned base material is characterized by consisting of at least one sort in cemented carbide, a cermet, the ceramics, a cubic boron nitride sintered compact, hard steel, and a high speed steel

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

**[Detailed Description of the Invention]****[0001]**

**[Field of the Invention]** This invention relates to the hard film and coat tool in which the sliding nature which was especially excellent in the tools for antifriction, bearing bushes, etc., such as cutting tools, such as a drill and an end mill, and drawing metal mold, is shown about the tool which covered the hard film covered by the base material front face and its hard film.

**[0002]**

**[Description of the Prior Art]** Hard film, such as TiN, TiCN, TiC, aluminum<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and N (TiAl), begins a cutting tool, and it is used for antifriction tool components or a slide portion article, and is contributing to life extension. Generally, although working liquid and a lubricant are used, in order for lubricity or cooling power to fall depending on a work material, processing conditions, or partner material and slide conditions, there is a problem said that extension of an activity life is difficult according to exfoliation of the film by frictional force buildup, the thermal metamorphism of printing by exoergic buildup or a base material, deformation, etc.

**[0003]** Means, such as a coat, have the surface state (mainly granularity) of adjustment and \*\* hard film the class and amount of the extreme pressure additive in \*\* working liquid or a solid lubricant taken, and in order to solve this problem, generally they are taken [ class / of adjustment and \*\* hard film ] in selection and \*\* solid-state lubricating film. \*\* Generally as granularity adjustment, data smoothing, such as wrapping processing and blasting polish, is performed. Moreover, micropore is prepared in a front face and there is the approach of preventing printing by holding working liquid in micropore (the liquid pool effectiveness). Furthermore, there is the approach of covering a compound with comparatively low coefficient of friction, such as nitriding chromium, chromic oxide, and nitriding vanadium, as hard film selection of \*\*. Furthermore, there is the approach of covering solid lubricants, such as molybdenum disulfide, a tungsten disulfide, a graphite, and diamond-like carbon (DLC), on the hard film as solid-state lubricating film of \*\*.

**[0004]** They are \*\*\*\*\*, such as JP,2-221714,A and JP,2000-001768,A, to what covers solid-state lubricating film, such as JP,08-132310,A and JP,2000-107906,A, to what selects hard film, such as JP,7-216491,A, to what prepares JP,07-157862,A and micropore in what carries out data smoothing as an example of representation of a specific prior art.

**[0005]**

**[Problem(s) to be Solved by the Invention]** It becomes JP,07-157862,A from the metallic carbide of the multicomponent system containing two or more sorts of metallic elements, a metal nitride, and metal charcoal and the nitride film, and a macro particle does not project substantially on a front face, but the abrasion resistance and the joining-proof nature hard coat coat tool which covered the hard coat which has a crater with a depth of 0.2-2 micrometers, and its manufacture are indicated. Although the hard coat indicated by this official report is what prevented joining of the work material in the time of a cut by removing the about 1-5-micrometer macro particle adhering to a coat front face and it is possible to improve cut precision and a tool life to some extent, since there is no lubrication effectiveness, on the

severe processing conditions which used working liquid, there is a problem referred to as being easy to start joining. That is, since the crater formed in the hard film indicated by this official report is the crevice produced when a macro particle was removed, it serves as a configuration which cannot demonstrate the liquid pool effectiveness.

[0006] The sintered compact which has the micropore which the dispersed phase was removed from the front face by JP,7-216491,A, and formed micropore in it in the sintering hard metal which did 2-30 volume % content of the dispersed phase which becomes with the oxide of calcium, Sr, and Ba, carbide, a sulfide, etc., made the hard phase the carbide of 4a, 5a, and 6a group metal, the nitride, and the boride, and made the iron-group metal the binder phase by this invention persons, and its manufacture approach are indicated. Although the sintered compact indicated by this official report can reduce friction wear according to the liquid pool effectiveness of the micropore which exists in a front face, it has the problem which abrasion resistance says as imperfection compared with the lowering on the strength and the hard film coat article by the dispersed phase.

[0007] Next, the lubrication hard film coat drill with which the 0.01-2.0-micrometer hard surface coating which consists of  $\text{CrO}_y$  ( $0.3 \leq y \leq 1.5$ ) on the 0.05-5.0-micrometer hard coat of  $\text{CrN}_x$  ( $0.3 \leq x \leq 1.0$ ) is made is indicated by JP,08-132310,A. Moreover, the coat hard tool which carried out VCN(ing) or (TiV) CN coat coat further on the coat hard metal which covered the nitride which uses Ti and aluminum as a principal component, carbon nitride, and a carbonic acid nitride is indicated by JP,2000-107906,A.

[0008] Although the hard multilayer indicated by both [ these ] official reports tends to raise lubricity by Cr (O) of an outer layer, and V (CN) and tends to raise abrasion resistance by Cr (N) of a inner layer, N (TiAl), etc., since the lubricity of an outer layer is inadequate, or since an outer layer tends to exfoliate, there is a problem said that there is little life extension effectiveness.

[0009] Furthermore, the solid lubrication bearing which covered the cascade screen with solid lamella lubricants, such as elasticity metals, such as TiC, gold, silver, and lead, or  $\text{MoS}_2$ ,  $\text{WS}_2$ , to the slide side of a bearing is indicated by JP,2-221714,A. moreover, to JP,2000-001768,A It is chosen from the periodic tables 4 and 5, 6 group metallic element, and aluminum, Si, B and C. The element more than a kind, In a laminating coat with the substrate layer of the high degree-of-hardness coat which consists more than of a kind chosen from B, C, N, and O, and the surface layer which uses molybdenum disulfide as a principal component The compound abrasion resistance hard coat which has the solid-state lubricity in which more than a kind of 4, 5, and 6 group metallic element contained 0.5at(s)% - 10at% in a surface layer is indicated. <BR> [0010] Although the lubricative coat indicated by both [ these ] official reports uses extension of a tool life as a drawing wax with the lubricity by  $\text{MoS}_2$ , since  $\text{MoS}_2$  is elasticity and it exfoliates from abrasion or the substrate film, on a cut or severe slide conditions, there is a problem said that there is almost no life extension effectiveness.

[0011]

[Means for Solving the Problem] When this invention persons are examining the hard film which has the property which possesses simultaneously the opposite property of abrasion resistance, and sliding nature and lubricity over many years, when frictional force is reduced by the micropore to which this micropore held working liquid and held the working liquid, they acquire the knowledge that friction and wear of the hard film are reduced remarkably, by having the micropore in which the hard film carried out opening.

[0012] The hard film which is excellent in the sliding nature of this invention, and its coat tool the monolayer whose thickness is 1-20 micrometers, or two or more multilayers -- it is -- 4a (Ti --) of a periodic table In the hard film which consists of one or more sorts chosen from each element of Zr, Hf, 5a (V, Nb, Ta), and 6a (Cr, Mo, W) group, aluminum and the carbide of silicon, a nitride, an oxide, borides, and these mutual solid solutions The diameter of opening has the micropore which is 0.5-5 micrometers in this hard film.

[0013] The sliding nature in which this micropore was excellent when the depth was 1.0 micrometers and the micropore depth was satisfied with a ratio with the average thickness of this hard film of 0.05-1.00 is maintained. Moreover, the gross area (total of each micropore opening area) of opening of

micropore is satisfied with a ratio with the gross area of the hard film of 0.02-0.20.

[0014] Moreover, the field granularity of the hard film front face except the micropore section reduces early coefficient of friction by being 0.2 micrometers or less in Ra, and the synergistic effect with micropore is acquired.

[0015] The base material which covered the hard film of this invention demonstrates the engine performance which was excellent as a coat tool, and is characterized by consisting of at least one sort in cemented carbide, a cermet, the ceramics, a cubic boron nitride sintered compact, hard steel, and a high speed steel as a concrete base material, and remarkable effectiveness is especially acquired in these base materials.

[0016]

[The mode of implementation of invention] In the hard film which consists of one or more sorts as which the hard film which is excellent in the sliding nature of this invention was chosen from 4a and 5a of a periodic table, 6a group element, aluminum, the carbide of silicon, a nitride, an oxide, borides, and these mutual solid solutions It is the hard film which is excellent in the sliding nature characterized by having the micropore whose diameter of opening the thickness of this hard film is the monolayer or two or more multilayers which are 1-20 micrometers, and is 0.5-5 micrometers. If an example is given concretely, as monolayer, TiC, TiN, TiB<sub>2</sub>, TiCN, TiCNO, TiBN, ZrN, HfN, VN, CrN, N (TiAl), CNO (TiAl) and CN (ZrV), Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, aluminum<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etc. can be mentioned. Moreover, a multilayer is the combination of these monolayers membrane type, and, specifically, can mention TiN/(TiAl) N, TiCN/TiB<sub>2</sub>, TiN/(ZrV) CN/aluminum<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, etc. from a base material side.

[0017] The formation of micropore performed at an after process as it is at least one sort in TiC, TiN, TiB<sub>2</sub> and TiCN by which the outermost layer of drum of the hard film was covered with physical vapor deposition, and N (TiAl) and CN (TiAl) is easy also especially in these, and since a smooth flat surface is easy to be acquired, it is desirable.

[0018] In order to cause membranous exfoliation and lowering on the strength when the residual stress resulting from a coefficient-of-thermal-expansion difference with a base material increases if the effectiveness of raising abrasion resistance is small and becomes thick exceeding 20 micrometers when the thickness of the thickness of this hard film is thinner than 1 micrometer, it was determined as 1-20 micrometers.

[0019] micropore -- the hole -- the working liquid which invaded into micropore when lubricative effectiveness became large exceeding 5 micrometers rather than was enough, since it was what reduces coefficient of friction by working liquid being invaded and held in inside, and working liquid was not able to invade [ the diameter of opening ] easily into pore by less than 0.5 micrometers -- flowing out -- being easy -- since the liquid pool effectiveness by working liquid maintenance was not acquired, it was determined as 0.5-5 micrometers.

[0020] Since desired lubricity is not obtained when shallower than 1 micrometer, limit the depth of micropore with 1 micrometers or more, and all the thickness of the hard film is received. The depth of micropore was restricted to the range expressed with the ratio of 0.05-1.00, and when especially hard thickness was exceeded that is, put in another way by the above-mentioned ratio and the micropore of the depth exceeding 1 was formed, in order to cause lowering of the whole base material on the strength, it was determined as 0.05-1.00.

[0021] Limiting by the above about each of micropore, the gross area (total of each micropore opening area) of micropore opening defined that it was 0.02-0.20 to the area of the whole hard film. Less than by 0.02, since abrasion resistance would fall in connection with the rate of the hard film surface area which contributes to friction relatively falling if the reduction effectiveness of coefficient of friction is small and exceeds 0.20, since there are few amounts of [ liquid pool ], this determined it as 0.02-0.2.

Measurement of the gross area of micropore opening is performed as follows. A hard film front face is expanded by 300 to 1500 times with an optical microscope, and the image data is digitized.

Furthermore, the gross area in the image is obtained by carrying out computer image processing of the image data.

[0022] Moreover, by controlling the surface roughness of the hard film, the synergistic effect with the

liquid pool effectiveness of micropore is acquired, and when the surface roughness of the hard film except the micropore section is 0.2 micrometers or less in Ra, desired lubricative effectiveness is acquired.

[0023] While having abrasion resistance by covering these hard film to a base material, the coat tool possessing the property of opposite lubricative both is obtained. As a concrete base material, it is characterized by consisting of at least one sort in cemented carbide, a cermet, the ceramics, a cubic boron nitride sintered compact, hard steel, and a high speed steel, and remarkable effectiveness is especially acquired in these base materials.

[0024] Formation of micropore is obtained by chemical or mechanical clearance or the exposure of a laser beam after a hard film coat in the drop let in a coat, and the heterogeneous particle sprinkled during coating. If drop let is the metallic high granular structure, the crevice where drop let was removed will be obtained as micropore by being immersed in an acid, alkali, etc. Moreover, also by injecting the water solution which the alumina powder of a particle suspended by the high voltage force on a film front face, drop let and a heterogeneous particle are removed and the hard film which has micropore is obtained. Moreover, since only the low melting point section is selectively removed [ drop let or a heterogeneous particle ] for the melting point from the hard film by the exposure of a laser beam in low conditions more than fixed, micropore is obtained.

[0025]

[Function] Since micropore has the liquid pool effectiveness, they act as lubricity, and the hard film which is excellent in the sliding nature of this invention, and its coat tool reduce friction wear, and prevent exfoliation of printing and the film while they raise abrasion resistance as for the hard film.

[0026]

[Example 1] As a base material, the solid drill (8.0phimm, presentation:WC-10wt%Co, hardness:HRA=91.5) made from cemented carbide marketed was prepared, and the arc ion plating system in which target fixation of four poles and fine-particles spraying to a processing object front face are possible was used as coat equipment of a hard coat. First, deaeration was performed after Ar spatter fully washed the drill front face by holding for 10 minutes, being referred to as about 0.1Pa and applying the bias voltage of -600V, having heated at 500 degrees C and introducing Ar gas, after inserting the base material drill into equipment and considering as the vacuum of abbreviation  $1 \times 10^{-3}$ Pa. subsequently, the thing for which coat processing is performed one by one as it is also at the coat conditions (a target class, gas constituents and a flow rate, bias voltage, an arc current, processing time) shown in a table 1 -- the coat drill raw material of A-D was obtained.

[0027]

[A table 1]

被覆ドリル素材名	被覆処理*	ターゲット	ガスの種類と流量(SCCM)	バイアス電圧(V)	アーク電流(A)	処理時間(min)
A	第1処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	80	40
B	第1処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	150	30
C	第1処理(IP)	Ti	N <sub>2</sub> ,100	-30	80	10
	第2処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	80	15
	第3処理(PD)	Al	Ar,50	-150	150	1
	第4処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	80	20
D	第1処理(IP)	Ti	N <sub>2</sub> ,100	-30	80	10
	第2処理(IP)	Ti	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> +N <sub>2</sub> ,100	-100	100	20
	第3処理(PD)	Ti-Al(50:50)	Ar,30	-150	150	2
	第4処理(IP)	Ti	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> +N <sub>2</sub> ,100	-50	80	15

\* Note IP: Ion plating (reaction vacuum evaporationo)

PD: Particle deposition (massive particle vacuum evaporationo)

[0028] Next, surface treatment which showed the coat drill raw material of A-D in a table 2 was performed, and the coat drill which has micropore on the front face of this invention article 1-4 and the comparison article 1-3 was obtained. And the coat drill-bit section after pretreatment was observed with the scanning electron microscope, and it asked for the area rate of the micropore section to the pitch

diameter and all the front faces of micropore which were formed in the coat front face. Moreover, the depth of the film configuration (a component, thickness) from the cross-section organization of the edge-of-a-blade section and micropore was measured. These observation / measurement results were written together to a table 2.

[0029]

[A table 2]

試料 番号	ドリ ル素 材名	表面処理*	微細孔の平 均径(μm)	微細孔の 面積割合	膜成分	膜厚 (μm)	微細孔の 深さ(μm)
本 発 明 品	1	B 液体ホー ニング	約 4.5	約 0.13	第 1 層:(TiAl)N	3.2	約 1.2
	2	B 電解	約 2.5	0.07	第 1 層:(TiAl)N	3.5	約 3.0
	3	C 浸漬	約 2.0 同上	0.15	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	約 2.1
	4	D 電解	約 1.5	0.11	第 1 層:TiN 第 2 層:Ti(CN)	0.9 2.7	約 1.8
比 較 品	1	A 電解	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.0	-
	2	B 無し	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.5	-
	3	C 無し	無し	0	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	-

\* notes liquid-honing condition: -- the suspension (30 g/L) of #400 alumina powder -- 0.2MPs -- injection immersion condition: -- the inside of 10%HCl and 10min electrolysis processing condition: 5% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, and 2.5Vx0.05 A/cm<sup>2</sup>x2.0min [0030] Hole down processing was continuously performed on condition that work material: S45C, cut periphery rate: 80 m/min, hole depth: 40mm, and wet processing (emulsion mold working liquid activity) using the obtained coat drill of this invention article 1-4 and the comparison article 1-3. The number of holes which can process it until chipping generating of the edge of a blade, breakage, or rapid torque lifting by scraps plugging occurs is shown in a table 3. When normal to 400 hole processing, the amount of average flank wear of the edge of a blade was written together.

[0031]

[A table 3]

試料 番号	ドリ ル素 材名	表面処理*	微細孔の平 均径(μm)	微細孔の 面積割合	膜成分	膜厚 (μm)	微細孔の 深さ(μm)
本 発 明 品	1	B 液体ホー ニング	約 4.5	約 0.13	第 1 層:(TiAl)N	3.2	約 1.2
	2	B 電解	約 2.5	0.07	第 1 層:(TiAl)N	3.5	約 3.0
	3	C 浸漬	約 2.0 同上	0.15	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	約 2.1
	4	D 電解	約 1.5	0.11	第 1 層:TiN 第 2 層:Ti(CN)	0.9 2.7	約 1.8
比 較 品	1	A 電解	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.0	-
	2	B 無し	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.5	-
	3	C 無し	無し	0	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	-

[0032]

[Example 2] After finishing-grinding-process-producing the punch for stamping by making the whole surface into rough grinding by the diamond wheel of 140# and 800# using the cemented carbide raw material for antifriction tools (it is about [ V30 ] at JIS), coat punch of this invention 5 and the comparison article 4 was obtained on the same approach and conditions as this invention article 3 of an example 1, and the comparison article 3. The thickness: 0.6mm zinc steel plate was pierced and processed using water-soluble working liquid using these, and the shots per hour until a defective is generated in weld flash was measured. Consequently, the number of the comparison articles 3 was about 520,000 to the number of this invention articles 3 being about 1 million.

[0033]

[Effect of the Invention] Since micropore has the liquid pool effectiveness as expressed with the result



of a table 3, the hard film which is excellent in the sliding nature of this invention, and its coat tool act as lubricity, friction wear was reduced, exfoliation of printing and the film is prevented, and the elongation of a tool life was remarkable. Moreover, also in punch by punching processing which used working liquid so that clearly, the twice [ about ] as many tool life as this was brought about in the example 2.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-146515

(P2002-146515A)

(43) 公開日 平成14年5月22日 (2002.5.22)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-ト*(参考)
C 2 3 C 14/06		C 2 3 C 14/06	P 3 C 0 3 7
B 2 3 B 27/14		B 2 3 B 27/14	A 3 C 0 4 6
	51/00		J 4 K 0 2 9
B 2 3 C 5/16		B 2 3 C 5/16	
B 2 3 P 15/28		B 2 3 P 15/28	A
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 5 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-346408(P2000-346408)

(22) 出願日 平成12年11月14日 (2000.11.14)

(71) 出願人 000221144

東芝タンガロイ株式会社

神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ

ッドスクエア

(72) 発明者 小林 正樹

神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ

ッドスクエア 東芝タンガロイ株式会社内

(72) 発明者 渡邊 敏行

神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ

ッドスクエア 東芝タンガロイ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 摺動性に優れた硬質膜およびその被覆工具

(57) 【要約】

【目的】 硬質膜表面に微細孔を適量設けた被覆工具あるいは部品に関し、加工液あるいは潤滑液を使用した際に微細孔が液溜め効果を発揮し、チップ、ドリル、金型などの工具や軸受けなどのしゅう動部品において、過酷な使用条件でも寿命を延長できる表面に微細孔を有する硬質膜およびその被覆工具の提供を目的とする。

【構成】 基材表面に被覆された硬質膜の表面に、深さが1.0  $\mu$ m以上、平均径が0.5~5  $\mu$ m、硬質膜全体の表面積に対する各開口部面積の総和の割合が0.02~0.20となる微細孔が点在している。

【効果】 従来の同一硬質膜よりも、液溜め効果による加工液あるいは潤滑液の供給によって潤滑性が確保されるために、工具やしゅう動部品の寿命延長が図れる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】周期率表の4a、5a、6a族元素、アルミニウム、シリコンの炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの相互固溶体の中から選ばれた1種以上からなる硬質膜において、該硬質膜の膜厚が1~20 $\mu$ mの単層または2以上の多層であって、開口径が0.5~5 $\mu$ mである微細孔を有することを特徴とする摺動性に優れた硬質膜

【請求項2】該微細孔が、深さが1.0 $\mu$ m以上であって、かつ微細孔深さが該硬質膜の平均膜厚との比で0.05~1.00を満足することを特徴とする請求項1記載の摺動性に優れた硬質膜

【請求項3】微細孔開口部の総面積が、硬質膜の総面積との比で0.02~0.20であることを特徴とする請求項1または2記載の摺動性に優れた硬質膜

【請求項4】硬質膜が、チタンの炭化物、窒化物、炭窒化物、およびチタンとアルミニウムとの複合窒化物、複合炭窒化物の少なくとも1種からなることを特徴とする請求項1、2または3記載の摺動性に優れた硬質膜

【請求項5】微細孔部を除く硬質膜表面の粗さが、Raで0.2 $\mu$ m以下であることを特徴とする請求項1、2、3または4記載の摺動性に優れた硬質膜

【請求項6】基材に請求項1、2、3、4および5記載の硬質膜を被覆したことを特徴とする被覆工具

【請求項7】上記基材が、超硬合金、サーメット、セラミックス、立方晶窒化硼素焼結体、硬質鋼、ハイスの中の少なくとも1種からなることを特徴とする請求項6記載の被覆工具

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、基材表面に被覆される硬質膜およびその硬質膜を被覆した工具に関するものであり、特にドリル、エンドミルなどの切削工具、絞り金型などの耐摩耗用工具や軸受ブッシュなどで優れた摺動性を示す硬質膜および被覆工具に関する。

## 【0002】

【従来の技術】TiN、TiCN、TiC、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、(TiAl)Nなどの硬質膜が切削工具を始め、耐摩耗工具部品やしゅう動部品に使用され、寿命延長に貢献している。一般的に、加工液や潤滑液を使用するが、被削材と加工条件あるいは相手材としゅう動条件によっては、潤滑性あるいは冷却能が低下するために、摩擦力増大による膜の剥離、発熱増大による焼き付きや基材の熱変質、変形などによって、使用寿命の延長が困難であるという問題がある。

【0003】この問題を解決するために、①加工液中の極圧添加剤あるいは固体潤滑剤の種類や量を調整、②硬質膜の表面状態（主に粗さ）を調整、③硬質膜の種類を選定、④固体潤滑膜を被覆、などの手段が一般的にとられている。②の粗さ調整として、一般にはラッピング処

理、ブラスト研磨などの平滑化処理が行われている。また、表面に微細孔を設け、加工液を微細孔中に保持（液溜め効果）することによって焼き付きを防ぐ方法がある。さらに、③の硬質膜選定として、窒化クロム、酸化クロム、窒化バナジウムなどの摩擦係数が比較的低い化合物を被覆する方法がある。さらに、④の固体潤滑膜として、二硫化モリブデン、二硫化タングステン、黒鉛、ダイヤモンドライクカーボン（DLC）などの固体潤滑剤を硬質膜上に被覆する方法がある。

【0004】具体的な先行技術の代表例として、平滑化処理するものに特開平07-157862号公報、微細孔を設けるものに特開平7-216491号公報など、硬質膜を選定するものに特開平08-132310号公報、特開2000-107906号公報など、固体潤滑膜を被覆するものに特開平2-221714号公報、特開2000-001768号公報など、がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 特開平07-157862号公報には、2種以上の金属元素を含む多成分系の金属炭化物、金属窒化物、金属炭・窒化物膜からなり、表面にマクロ粒子が実質的に突出しておらず、0.2~2 $\mu$ mの深さのクレーターを有する硬質被膜を被覆した耐摩耗性・耐溶着性硬質被膜被覆工具およびその製造が記載されている。本公報に記載された硬質被膜は、被膜表面に付着した1~5 $\mu$ m程度のマクロ粒子を除去することによって切削時での被削材の溶着を防止したもので、切削精度や工具寿命をある程度改善することは可能であるが、加工液を使用した厳しい加工条件では潤滑効果がないために、溶着を起こし易いという問題がある。すなわち、本公報に記載された硬質膜に形成されたクレーターは、マクロ粒子が除去される時に生じた凹部であるために、液溜め効果が発揮できない形状となっている。

【0006】特開平7-216491号公報には、本発明者らによって、Ca、Sr、Baの酸化物、炭化物、硫化物などである分散相を2~30体積%含有し、4a、5a、6a族金属の炭化物、窒化物、ホウ化物を硬質相、鉄族金属を結合相とした焼結硬質合金において、表面から分散相が除去されて微細孔を形成した微細孔を有する焼結体及びその製造方法が記載されている。本公報に記載された焼結体は、表面に存在する微細孔の液溜め効果により摩擦摩耗を低減できるが、分散相による強度低下や硬質膜被覆品に比べて耐摩耗性が不十分と言う問題がある。

【0007】次に、特開平08-132310号公報には、0.05~5.0 $\mu$ mのCrNx（0.3 $\leq$ x $\leq$ 1.0）の硬質被膜上に、CrOy（0.3 $\leq$ y $\leq$ 1.5）からなる0.01~2.0 $\mu$ mの硬質表面被覆がなされている潤滑硬質膜被覆ドリルが記載されている。また、特開2000-107906号公報には、TiとAlを主

成分とする窒化物、炭窒化物、炭酸窒化物を被覆した被覆硬質合金の上に、さらにVCN又は(TiV)CN被覆膜被覆した被覆硬質工具が記載されている。

【0008】これら両公報に記載された硬質多層膜は、外層のCr(O)、V(CN)で潤滑性を、内層のCr(N)、(TiAl)Nなどで耐摩耗性を向上させようとしたものであるが、外層の潤滑性が不十分のため、あるいは外層が剥離し易いために、寿命延長効果が少ないと言う問題がある。

【0009】さらに、特開平2-221714号公報には、軸受けのしゅう動面にTiCと金、銀、鉛などの軟質金属あるいはMoS<sub>2</sub>、WS<sub>2</sub>などの層状固体潤滑剤との積層膜を被覆した固体潤滑軸受が記載されている。また、特開2000-001768号公報には、周期律表4、5、6族金属元素とAl、Si、B、Cから選択され一種以上の元素と、B、C、N、Oから選択される一種以上とからなる高硬度被膜の下地層と、二硫化モリブデンを主成分とする表面層を持つ積層被膜において、表面層には4、5、6族金属元素の一種以上が0.5at%~10at%を含有した固体潤滑性を有する複合耐摩耗性硬質被膜が記載されている。

【0010】これら両公報に記載された潤滑性被膜は、MoS<sub>2</sub>による潤滑性によって工具寿命の延長を図ろうとしたものであるが、MoS<sub>2</sub>が軟質であるために摩滅あるいは下地膜から剥離するために、切削や厳しいしゅう動条件ではほとんど寿命延長効果がないと言う問題がある。

【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、長年に渡って耐摩耗性と摺動性・潤滑性という相反する特性を同時に具備した特性を有する硬質膜について検討していたところ、硬質膜が開口した微細孔を有することにより該微細孔が加工液を保持し、その加工液を保持した微細孔により摩擦力が低減されることによって硬質膜の摩擦・摩耗が著しく低減されるという知見を得たものである。

【0012】本発明の摺動性に優れた硬質膜およびその被覆工具は、膜厚が1~20μmの単層または2以上の多層であって、周期率表の4a(Ti、Zr、Hf)、5a(V、Nb、Ta)、6a(Cr、Mo、W)族の各元素、アルミニウムおよびシリコンの炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの相互固溶体の中から選ばれた1種以上からなる硬質膜において、該硬質膜中に開口径が0.5~5μmの微細孔を有するものである。

【0013】該微細孔は、深さが1.0μmであって、かつ微細孔深さが該硬質膜の平均膜厚との比で0.05~1.00を満足することにより、優れた摺動性が持続される。また、微細孔の開口部の総面積(各微細孔開口部面積の総和)が、硬質膜の総面積との比で0.02~

0.20を満足するものである。

【0014】また、微細孔部を除く硬質膜表面の面粗さは、Raで0.2μm以下であることにより、初期の摩擦係数を低減させ、微細孔との相乗効果が得られる。

【0015】この発明の硬質膜を被覆した基材は、被覆工具として優れた性能を発揮し、具体的な基材としては超硬合金、サーメット、セラミックス、立方晶窒化硼素焼結体、硬質鋼、ハイスの中の少なくとも1種からなることを特徴とするもので、これらの基材では特に顕著な効果が得られるものである。

【0016】

【発明の実施の態様】本発明の摺動性に優れた硬質膜は、周期率表の4a、5a、6a族元素、アルミニウム、シリコンの炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの相互固溶体の中から選ばれた1種以上からなる硬質膜において、該硬質膜の膜厚が1~20μmの単層または2以上の多層であって、開口径が0.5~5μmである微細孔を有することを特徴とする摺動性に優れた硬質膜である。具体的に例を挙げると、単層膜としてはTiC、TiN、TiB<sub>2</sub>、TiCN、TiCNO、TiBN、ZrN、HfN、VN、CrN、(TiAl)N、(TiAl)CNO、(ZrV)CN、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などを挙げることができる。また多層膜は、これら単層膜種の組み合わせであり、具体的には、基材側からTiN/(TiAl)N、TiCN/TiB<sub>2</sub>、TiN/(ZrV)CN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>などを挙げることができる。

【0017】これらの中でも特に、硬質膜の最外層が物理蒸着法によって被覆されたTiC、TiN、TiB<sub>2</sub>、TiCN、(TiAl)N、(TiAl)CNの中の少なくとも1種であると、後工程で行う微細孔の形成が容易であり、平滑な平面が得られやすいため好ましい。

【0018】該硬質膜の膜厚は、その厚みが1μmより薄い場合は耐摩耗性を向上させる効果が小さく、20μmを超えて厚くなると、基材との熱膨張係数差に起因する残留応力が増大することによって膜の剥離や強度低下を招くため、1~20μmと定めた。

【0019】微細孔は、その孔中に加工液が侵入・保持されることで摩擦係数を低減させるものであるため、その開口径が0.5μm未満では加工液が細孔中に侵入し難いために潤滑性の効果が十分ではなく、5μmを超えて大きくなると、微細孔に侵入した加工液を流出しやすくなり、加工液保持による液溜め効果が得られないため0.5~5μmと定めた。

【0020】微細孔の深さは、1μmより浅い場合は所望の潤滑性が得られないため1μm以上と限定し、かつ硬質膜の全膜厚に対して、微細孔の深さが0.05~1.00の比率で表される範囲に限られ、特に硬質膜厚を越えた、つまり上記比率で言い換えると1を越えた深

さの微細孔を形成した場合は、基材全体の強度低下を招くため0.05～1.00と定めた。

【0021】微細孔の個々については上記により限定し、微細孔開口部の総面積（個々の微細孔開口部面積の総和）は、硬質膜全体の面積に対して0.02～0.20であることを定めた。これは、0.02未満では液溜め量が少ないために摩擦係数の低減効果が小さく、0.20を越えると相対的に摩擦に寄与する硬質膜表面積の割合が低下するのに伴って耐摩耗性が低下するため、0.02～0.2と定めた。微細孔開口部の総面積の測定は、次のとおりに行う。硬質膜表面を光学顕微鏡により300～1500倍に拡大し、その画像データをデジタル化する。さらに、その画像データをコンピュータ画像処理することによって、その画像中の総面積が得られるものである。

【0022】また、硬質膜の表面粗さを制御することによって、微細孔の液溜め効果との相乗効果が得られ、微細孔部を除いた硬質膜の表面粗さがRaで0.2μm以下である時に所望の潤滑性効果が得られるものである。

【0023】基材にこれら硬質膜を被覆することによって、耐摩耗性を有すると共に、相反する潤滑性の両方の特性を具備した被覆工具が得られる。具体的な基材としては、超硬合金、サーメット、セラミックス、立方晶窒化硼素焼結体、硬質鋼、ハイスの中の少なくとも1種からなることを特徴とするもので、これらの基材では特に顕著な効果が得られるものである。

【0024】微細孔の形成は、硬質膜被覆後に被膜中のドロップレットや、コーティング中に散布した異質粒子を化学的または機械的な除去、もしくはレーザービームの照射によって得られる。ドロップレットが金属性の高い粒状組織であれば、酸やアルカリ等に浸漬することに＊

＊によってドロップレットが除去された凹部が微細孔として得られる。また、微粒のアルミナ粉が懸濁した水溶液を膜表面に高圧力で噴射することによっても、ドロップレットや異質粒子が除去され、微細孔を有する硬質膜が得られる。また、ドロップレットや異質粒子が硬質膜よりも融点が一定以上低い条件においては、レーザービームの照射によって選択的に低融点部のみが除去されるため、微細孔が得られるものである。

【0025】

10 【作用】本発明の摺動性に優れる硬質膜およびその被覆工具は、硬質膜が耐摩耗性を向上させると共に、微細孔が液溜め効果を有するため潤滑性として作用し、摩擦摩擦を低減させ、焼き付きや膜の剥離を防止するものである。

【0026】

【実施例1】基材として、市販されている超硬合金製ソリッドドリル（8.0φmm、組成：WC-10wt% Co、硬さ：HRA=91.5）を用意し、硬質被膜の被覆装置として、4極のターゲット着装および処理物表面への粉体散布が可能なアークイオンブレーティング装置を使用した。まず、基材ドリルを装置内に挿入して約 $1 \times 10^{-3}$  Paの真空とした後、500℃に加熱してArガスを導入しながら約0.1 Paとし、-600Vのバイアス電圧をかけて10分間保持することにより、ドリル表面をArスパッターにより十分に洗浄した後、脱気を行った。次いで、表1に示した被覆条件（ターゲット種類、ガス成分と流量、バイアス電圧、アーク電流、処理時間）でもって被覆処理を順次行なうことよって、A～Dの被覆ドリル素材を得た。

30 【0027】

【表1】

被覆ドリル素材名	被覆処理*	ターゲット	ガスの種類と流量(SCCM)	バイアス電圧(V)	アーク電流(A)	処理時間(min)
A	第1処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	80	40
B	第1処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	160	30
C	第1処理(IP)	Ti	N <sub>2</sub> ,100	-30	80	10
	第2処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	80	15
	第3処理(PD)	Al	Ar,50	-150	160	1
	第4処理(IP)	Ti-Al(50:50)	N <sub>2</sub> ,150	-80	80	20
D	第1処理(IP)	Ti	N <sub>2</sub> ,100	-30	80	10
	第2処理(IP)	Ti	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> +N <sub>2</sub> ,100	-100	100	20
	第3処理(PD)	Ti-Al(50:50)	Ar,30	-150	160	2
	第4処理(IP)	Ti	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> +N <sub>2</sub> ,100	-50	80	15

＊注） IP:イオンブレーティング（反応蒸着）

PD:パーティクルデポジション（塊状粒子蒸着）

【0028】次に、A～Dの被覆ドリル素材を表2に示した表面処理を施して、本発明品1～4と比較品1～3の表面に微細孔を有する被覆ドリルを得た。そして、前処理後の被覆ドリルの刃先部を走査型電子顕微鏡で観察

し、被膜表面に形成された微細孔の平均径と全表面に対する微細孔部の面積割合を求めた。また、刃先部の断面組織から、膜構成（成分、膜厚）、微細孔の深さを測定した。これらの観察・測定結果を表2に併記した。

【0029】

【表2】

試料 番号	ドリル 素 材名	表面処理*	微細孔の平 均径(μm)	微細孔の 面積割合	膜成分	膜厚 (μm)	微細孔の 深さ(μm)	
本 発 明 品	1	B	液体ホー ニング	約 4.5	約 0.13	第 1 層:(TiAl)N	3.2	約 1.2
	2	B	電解	約 2.5	0.07	第 1 層:(TiAl)N	3.5	約 3.0
	3	C	浸漬	約 2.0	0.15	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	約 2.1
	4	D	電解	約 1.5	0.11	第 1 層:TiN 第 2 層:Ti(CN)	0.9 2.7	約 1.8
比 較 品	1	A	電解	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.0	-
	2	B	無し	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.5	-
	3	C	無し	無し	0	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	-

\*注) 液体ホーニング条件: #400アルミナ粉の懸濁液(30g/L)を0.2MPで噴射

浸漬条件: 10%KCl中, 10min

電解処理条件: 5% $\text{H}_2\text{SO}_4$ 中,  $2.5\text{V} \times 0.05\text{A}/\text{cm}^2 \times 2.0\text{min}$

【0030】得られた本発明品1~4と比較品1~3の

被覆ドリルを用いて、被削材: S45C、切削外周速

度: 80m/min、穴深さ: 40mm、湿式加工(エ

\* マルジョン型加工液使用)の条件で穴明け加工を連続して行った。刃先のチッピング発生、折損あるいは切り屑詰まりによる急激なトルク上昇が発生するまでの加工可能な穴数を表3に示す。400穴加工まで正常であった場合には、刃先の平均逃げ面摩耗量を併記した。

【0031】

【表3】

試料 番号	ドリル素 材名	表面処理*	微細孔の平 均径(μm)	微細孔の 面積割合	膜成分	膜厚 (μm)	微細孔の 深さ(μm)	
本 発 明 品	1	B	液体ホー ニング	約 4.5	約 0.13	第 1 層:(TiAl)N	3.2	約 1.2
	2	B	電解	約 2.5	0.07	第 1 層:(TiAl)N	3.5	約 3.0
	3	C	浸漬	約 2.0	0.15	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	約 2.1
	4	D	電解	約 1.5	0.11	第 1 層:TiN 第 2 層:Ti(CN)	0.9 2.7	約 1.8
比 較 品	1	A	電解	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.0	-
	2	B	無し	無し	0	第 1 層:(TiAl)N	3.5	-
	3	C	無し	無し	0	第 1 層:TiN 第 2 層:(TiAl)N	0.8 2.3	-

【0032】

【実施例2】耐摩耗工具用超硬合金素材(JISでV30相当)を用い、全面を140#と800#のダイヤモンド砥石で粗研削と仕上げ研削加工して打抜き加工用のパンチを作製した後、実施例1の本発明品3および比較品3と同一の方法・条件で本発明品5と比較品4の被覆パンチを得た。これらを用いて、厚み: 0.6mmの亜鉛鋼板を水溶性の加工液を使用して打ち抜き加工し、バリにより不良品が発生するまでのショット数を測定した。その結果、本発明品3が約100万ショットであるのに※

※対し、比較品3は約52万ショットであった。

【0033】

30 【発明の効果】本発明の摺動性に優れる硬質膜およびその被覆工具は、表3の結果で表されたように、微細孔が液溜め効果を有するため潤滑性として作用し、摩擦摩耗を低減させ、焼き付きや膜の剥離を防止するものであり、工具寿命の伸びは顕著であった。また、実施例2で明らかのように加工液を使用した打ち抜き加工でのパンチにおいても、約2倍の工具寿命をもたらした。

フロントページの続き

Fターム(参考) 3C037 CC01 CC02 CC08 CC09 CC10  
CC11

3C046 FF03 FF04 FF05 FF10 FF11  
FF13 FF16 FF25

4K029 AA04 BA43 BA44 BA46 BA53  
BA55 BA58 BB02 BC02 BD05  
CA04 DC03 DC04 EA01 FA04

